

مهندسی متالورژی و مواد

https://jmme.um.ac.ir/



ساخت و مشخصه‌یابی کامپوزیت بر پایه Al_2O_3-Y_2O_3 *

مقاله پژوهشی

سید علی حسن زاده تبریزی[(۱)]

DOI: 10.22067/jmme.2024.83191.1115

چکیده در تحقیق حاضر نانوذرات بر پایه آلومینا-ایتریا با استفاده از روش سل-ژل ساخته شد. سپس اثر عملیات حرارتی بر تغییرات فازی و اندازه بلورک‌ها در این سیستم کامپوزیتی بررسی شد. پودرکامپوزیتی تولیدی با استفاده از پراش پرتو ایکس و میکروسکوپ الکترونی روبشی مشخصه‌یابی شد. برای بررسی اثر دما بر بلورک‌ها از رابطه شرر استفاده شد. سپس پودر کامپوزیتی پرس ایزواستاتیک سرد شد و تحت فرایند تف‌جوشی بدون فشار در دماهای مختلف قرار گرفت تا تغییرات دانسیته آن مورد ارزیابی قرار بگیرد. نتایج پراش پرتو ایکس نشان داد نمونه پودری در ابتدا آمورف می‌باشد. با افزایش درجه حرارت اجزاء این سیستم کامپوزیتی وارد واکنش شده و فازهای آلفا Al_2O_3 و $Y_3Al_5O_{12}$ در آن تشکیل شد. اندازه بلورک‌های فاز تتا آلومینا با افزایش دما تا ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد افزایش یافت در حالی که پس از این درجه حرارت به دلیل تجزیه این فاز اندازه بلورک‌های آن کاهش می‌یابد. دانسیته نمونه‌ها با افزایش درجه حرارت تا ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد افزایش یافت به طوری که نمونه‌ها به دانسیته نسبی حدود ۹۶ درصد رسیدند. منحنی افزایش دانسیته نانوپودرکامپوزیتی سه مرحله متفاوت را در طی تف‌جوشی نشان داد. بررسی سختی نمونه‌ها نشان داد که با افزایش دمای تف‌جوشی سختی افزایش می‌یابد و در نمونه تف‌جوشی شده در ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۳ ساعت سختی ویکرز به حدود ۱۴ گیگاپاسکال رسید.

واژه‌های کلیدی آلومینا، آیتریا، کامپوزیت، سل-ژل.

Fabrication and Characterization of Al_2O_3-Y_2O_3 Based Composite

Sayed Ali Hassanzadeh-Tabrizi

Abstract *In the present research, nanoparticles based on the alumina-yttria system were synthesized using a sol-gel method. Then, the effect of heat treatment on the phase evolution and crystallite size in this composite system was investigated. The produced composite powder was characterized using X-ray diffraction and scanning electron microscopy. Scherrer equation was used to investigate the effect of temperature on crystallite sizes. The composite powder was cold isostatically pressed and subjected to a pressureless sintering process at different temperatures to evaluate its density changes. The X-ray diffraction results showed that the powder sample was initially amorphous. By increasing the temperature, the components of this composite system reacted and Alpha-Al_2O_3 and $Y_3Al_5O_{12}$ phases are formed. The crystallite size of the Theta-alumina phase grew with increasing temperatures up to 1000 ℃. At higher temperatures, crystallite size decreased due to the decomposition of theta-alumina. The density of the samples increased by increasing the temperature up to 1600 ℃ so that the samples reached a relative density of about 96%. The densification curve of the composite showed three different stages during sintering. Examining the hardness of the samples showed that the hardness increases with the increase of the sintering temperature, and in the sample sintered at 1600 ℃ for 3 hours, the Vickers hardness reached about 14 GPa.*

Keywords Alumina, Yttria, Composite, Sol-gel.

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۲/۴/۸ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۲/۱۱/۲۹ می‌باشد.

(۱) نویسندهٔ مسئول، دانشیار، مرکز تحقیقات مواد پیشرفته، دانشکده مهندسی مواد، واحد نجف آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجف آباد، ایران.

Email: hassanzadeh@pmt.iaun.ac.ir

مقدمه

تقاضای جهانی برای مواد ساختاری مستحکم که در دمای بالا مورد استفاده قرار گیرند به طور مثال در کاربردهای مختلف مانند بخش‌های هوافضا و انرژی افزایش یافته است [1]. سرامیک‌ها و کامپوزیت‌های آن در برآوردن این تقاضا تا حدودی موفق بوده‌اند و موادی با کیفیت بالاتر و کارآمدی را برای صنعت فراهم می‌کنند. با این حال، استفاده کاربردی و ساختاری سرامیک‌ها به ماهیت شکننده آنها محدود شده است [2].

آلومینا (اکسید آلومینیوم، Al_2O_3) یکی از سرامیک‌هایی است که به دلیل سختی و استحکام بالا (در دمای پایین و در دمای بالا) و خاصیت عایق کاری خوب، یکی از سرامیک های پرکاربرد است. با این حال برای بهبود خواص مکانیکی و خصوصا چقرمگی (Toughness) شکست این ماده، ساخت کامپوزیت از آن بسیار مورد توجه است. مطالعات متعددی توسط محققان برای بهبود خواص مکانیکی کامپوزیت‌های مبتنی بر آلومینا به دلیل شکنندگی ذاتی آنها انجام شده است [3, 4]. به طور مثال ذرات مختلفی به عنوان تقویت کننده اضافه شده است که از جمله این مواد می‌توان به زیرکونیا، نانوتیوب کربنی و سیلیکون کاربید اشاره کرد. به طور مثال گزارش شده است افزودن 20 درصد وزنی سیلیکون کاربید می‌تواند چقرمگی را تا ۸,۷ $MPa\ m^{0.5}$ افزایش دهد [5]. به طور مشابه، بررسی سختی سطح آلومینا کامپوزیت شده با زیرکونیا نشان داده است که در این کامپوزیت افزایش قابل توجه سختی ایجاد می‌شود [6]. گزارش‌هایی در مورد افزودن ترکیبات بین فلزی نیز به آلومینا جهت بهبود خواص وجود دارد [7,8].

کامپوزیت سرامیکی بر پایه آلومینا–ایتریا در مهندسی هوافضا، مانند اجزاء برای موتورهای جت در صنعت هواپیما و ابزارهای ماشینکاری استفاده شده است. ریز ساختار دوفازی حاصل از تف‌جوشی مخلوط‌های پودر آلومینا و ایتریا، باعث ایجاد ساختاری از آلومینا و ایتریوم آلومینیوم گارنت شده که به طور همگن توزیع می‌شود و پس از تف‌جوشی باعث ایجاد تنش‌های پسماند فشاری در دو فاز شده که به دلیل اختلاف در ضریب انبساط حرارتی این دو فاز است. این رفتار سبب کاهش انتشار ترک بین دانه‌ای شده و در نتیجه چقرمگی شکست این کامپوزیت سرامیکی را افزایش می‌دهد [9-11].

از مزایای استفاده از سرامیک‌های اکسیدی نسبت به سرامیک‌های غیر اکسیدی، مقاومت بالای آن‌ها در برابر اکسیداسیون و خوردگی در محیط‌های تهاجمی و دماهای بالا می‌باشد. در دهه اخیر، برخی از مطالعات نشان دادند که سرامیک-های حاوی ایتریوم آلومینیوم گارنت مقاومت خزشی بالاتری نسبت به دیگر سرامیک‌ها دارند. یکپارچگی مکانیکی این سرامیک در دمای حدود ۱۵۰۰ درجه سانتیگراد در چندین مطالعه تایید شده است [13, 12].

با این حال کیفیت قطعه نهایی سرامیکی بسیار وابسته به کیفیت مواد اولیه و روش مورد استفاده در ساخت آن است. به طور مثال اندازه و همگنی پودر اولیه نقش مهمی در تف‌جوشی و ریز ساختار نهایی نمونه دارد. در سال‌های اخیر ساخت مواد اولیه از روش‌های شیمی تر (Wet chemical methods) به دلیل خلوص و کیفیت این روش بسیار مورد توجه قرار گرفته است. از جمله تکنیک‌های مورد استفاده در شیمی تر می‌توان به روش های رسوبی (Precipitation)، سل–ژل (Sol- Gel)، هیدروترمال (Hydrothermal)، سولوترمال (Solvothermal) و غیره اشاره کرد. از روش سل–ژل به دلیل ساخت پودرهای همگن کامپوزیتی به علت مخلوط شدن خوب مواد اولیه استفاده زیادی می‌شود و در سال‌های اخیر بسیار مورد توجه قرار گرفته است [15, 14].

بنابراین هدف از تحقیق حاضر ساخت نانوذرات کامپوزیتی درجا بر پایه آلومینا–ایتریا به روش سل–ژل می‌باشد. سپس پودر حاصل مشخصه‌یابی شده و اثر عملیات حرارتی بر تغییرات فازی و اندازه بلورک‌های آن مورد بررسی قرار خواهد گرفت. پودر نانوکامپوزیتی تولیدی سپس پرس ایزواستاتیک (Isostatic press) سرد شده و در درجه حرارت‌های مختلف، تف‌جوشی (Sintering) بدون فشار شده و دانسیته و سختی این نمونه‌ها ارزیابی می‌شود.

مواد و روش تحقیق

مواد اولیه برای ساخت نانوپودر به روش سل–ژل شامل $AlCl_3{\cdot}6H_2O$ پودر Al، Y_2O_3 و HCl بودند. برای این منظور ابتدا پودر اکسید ایتریم در اسید کریدریک حل شد. سپس کلرید آلومینیوم و آلومینیوم به محلول اضافه شد. مقدار مواد اولیه بر اساس ۱۰ در صد وزنی ایتریا انتخاب شد. سپس محلول پیش ساز به طور مداوم در دمای ۱۰۰ درجه سانتیگراد

به مدت ۴ ساعت به هم زده شد تا مواد اولیه کاملا حل شود و در دمای ۶۰ درجه سانتیگراد پیرسازی شد. ویسکوزیته محلول به تدریج افزایش یافت و در نهایت محلول به یک ژل سفت تبدیل شد. سپس ژل در دمای ۸۰ درجه سانتیگراد به مدت ۴۸ ساعت خشک شد. ژل خشک شده در یک کوره الکتریکی در دماهای مختلف کلسینه شد و سپس با استفاده از یک محفظه آلومینا و گلوله‌های آلومینای خالص در محیط اتانول آسیاب شد تا آگلومره‌های پودر شکسته شوند. پودر بدست آمده مجددا در دمای ۸۰ درجه سانتیگراد خشک شد. برای ساخت قطعات، پودرها در فشار ۸۰ مگاپاسکال پرس سرد شده و سپس در دماهای مختلف تف‌جوشی بدون فشار شد.

از آنالیز پراش اشعه ایکس (X-ray diffraction) برای بررسی فازی ژل خشک شده و پودر کلسینه شده با استفاده از دستگاه مدل فیلیپس X-pert انجام شد. همچنین برای محاسبه اندازه بلورک‌ها (Crystallite size) در نمونه‌ها با استفاده از الگوی پراش پرتو ایکس، از رابطه شرر (۱) استفاده شد [16].

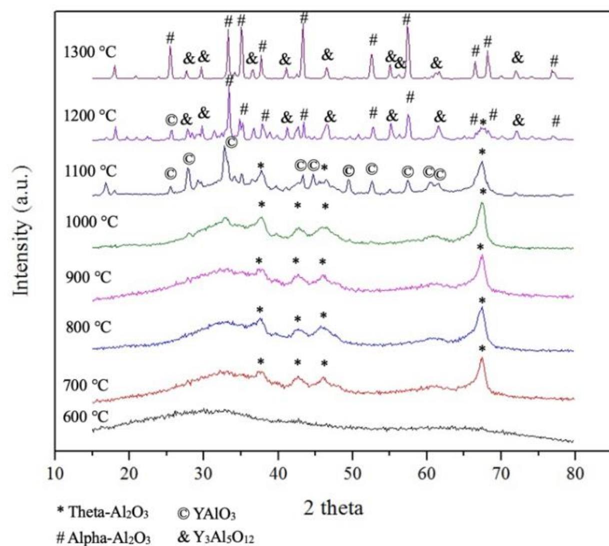
$$d = \frac{0.9\lambda}{\beta.\cos\theta} \quad (۱)$$

دراین‌رابطه d اندازه کریستال، λ طول موج، θ زاویه پراش و β پهنای پیک در نصف شدت ماکزیمم می‌باشد.

مورفولوژی پودر و سطح قطعات کامپوزیتی با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (Scanning electron microscope) فیلیپس مدل ایکس ال ۳۰ (Phillips XL30) مورد بررسی قرار گرفت. برای نمونه‌سازی جهت تصویربرداری قطعات و پودر با استفاده از طلا پوشش‌دهی شد و سپس داخل محفظه میکروسکوپ الکترونی روبشی قرار گرفت. برای بررسی دانسیته نمونه از روش ارشمیدس (Archimedes method) در مایع آب استفاده شد. سختی ویکرز (Vickers hardness) توسط دستگاه سختی‌سنجی ولپرت ۴۳۰ (Wolpert 430) با بار ۱,۵ کیلوگرم و زمان ماند ۱۵ ثانیه اندازه گیری شد.

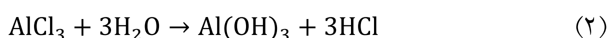
نتایج و بحث

محصول تولیدی با استفاده از روش سل-ژل برای بررسی فازهای کریستالی تحت عملیات حرارتی در دماهای مختلف قرار گرفت و نتایج پراش پرتو ایکس نمونه‌ها در شکل (۱) نشان داده شده است. الگوهای پراش اشعه ایکس ژل عملیات حرارتی شده در ۶۰۰ درجه سانتیگراد پیکی را نشان نمی‌دهد که نشان از آمورف و بی‌نظم بودن ساختار دارد. با افزایش دما تا ۷۰۰ درجه سانتیگراد پیک‌های مربوط به فاز تتا آلومینا ظاهر می‌شود. شدت این پیک‌ها تا ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد افزایش می‌یابند که نشان‌دهنده رشد بلورک‌ها و افزایش بلورینگی پودر می‌باشد. در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد شدت پیک‌های مربوط به فاز تتا آلومینا کاهش می‌یابد که نشان دهنده تجزیه این فاز است. در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد پیک‌های آلفا آلومینا ظاهر می شوند و پیک‌های مربوط به فاز تتا آلومینا حذف می شود. در واقع در دماهای بالا فازهای میانی آلومینا ناپایدار شده و فاز آلفا که فاز پایدار دمای بالای آلومینا است جایگزین فازهای میانی می‌شود. علاوه بر این، پیک‌های مربوط به فاز اکسید ایتریم به صورت مستقیم مشاهده نمی‌شود بلکه در ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد فاز مربوط به $YAlO_3$ هگزاگونال مشاهده می‌شود.



شکل ۱ الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌ها کلسینه شده در دماهای مختلف

با افزایش دما تا ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد فاز $Y_3Al_5O_{12}$ تشکیل می شود. مکانیزم تشکیل فازهای این کامپوزیت را می‌توان به صورت زیر بیان کرد. ابتدا $AlCl_3$ هیدرولیز شود (واکنش (۲)).



$$AlCl_3 + 3H_2O \rightarrow Al(OH)_3 + 3HCl \quad (۲)$$

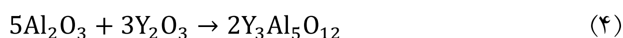
اکسید ایتریم نیز با اسید واکنش می‌دهد و به صورت حل شده در می‌آید. واکنش (۳) نشان می‌دهد که پودر آلومینیوم نیز

در اسید حل می‌شود و کلرید آلومینیوم و گاز هیدروژن تولید می‌کند و بنابراین از آلومینیوم به عنوان منبعی برای تولید کلرید آلومینیوم استفاده می‌شود.



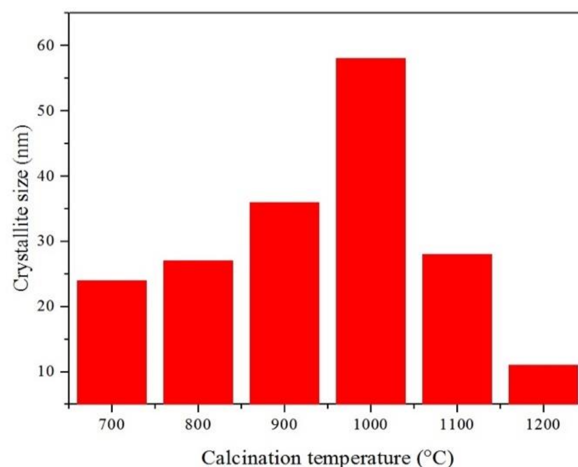
$$2Al + 6HCl \rightarrow 2AlCl_3 + 3H_2 \quad (۳)$$

در نهایت یون‌های آلومینیوم و ایتریم در محلول وارد واکنش‌های تراکم شده و هیدروکسیدهای فلزی تشکیل می‌دهند و به ژل تبدیل می‌شوند. با افزایش دمای عملیات حرارتی، این ترکیبات ابتدا به اکسیدهای فلزی آمورف تبدیل می شوند که در الگوهای پراش اشعه ایکس ساختار آمورف قابل مشاهده می‌باشد. با افزایش بیشتر دمای عملیات حرارتی، فازهای آمورف به فازهای کریستالی تبدیل می‌شوند که بر اساس آنالیز پراش پرتو ایکس ابتدا فازهای میانی آلومینا متبلور می‌شود. با این حال اکسید ایتریم قبل از تبلور با آلومینا وارد واکنش می‌شود و فاز $YAlO_3$ و در نهایت فاز $Y_3Al_5O_{12}$ را بر اساس واکنش (۴) تشکیل می دهد.



$$5Al_2O_3 + 3Y_2O_3 \rightarrow 2Y_3Al_5O_{12} \quad (۴)$$

برای بررسی اندازه بلورک‌ها، از رابطه شرر و الگوهای پراش اشعه ایکس استفاده شد. از این رابطه به طور وسیع در تحقیقات مختلف برای اندازه گیری اندازه بلورک‌های کامپوزیت‌های بر پایه آلومینا استفاده شده است [17,18]. از پیک حدود ۶۷ درجه مربوط به تتا آلومینا برای محاسبات استفاده شد. نتایج به دست آمده در شکل (۲) نشان داده شده است.



شکل ۲ اندازه بلورک‌های تتا آلومینا در دماهای کلسیناسیون مختلف

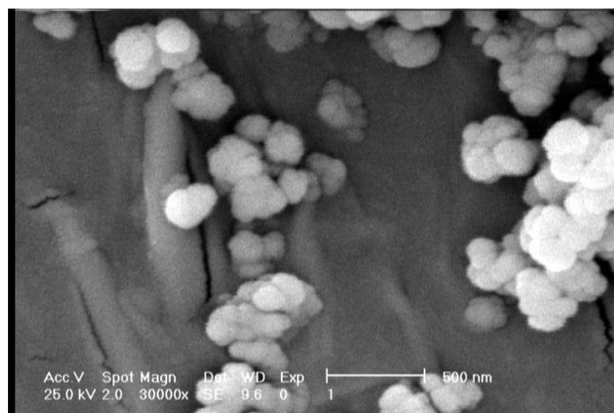
همانطور که مشاهده می‌شود با افزایش دما از ۷۰۰ درجه سانتیگراد تا ۹۰۰ درجه سانتیگراد اندازه بلورک‌ها ابتدا با نرخ کم و سپس از ۹۰۰ درجه سانتیگراد تا ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد با نرخ بالاتری رشد کرده‌اند. علت رشد بلورک‌ها با افزایش دمای کلسیناسیون را می‌توان به فعال شدن مکانیزم‌های دیفوزیون اتمی نسبت داد [19]. در واقع نانو ذرات تمایل دارند تا انرژی سطحی خود را با کاهش سطح و به عبارتی رشد ابعاد خود، کاهش دهند. با افزایش دما و با فعال شدن سیستم‌های نفوذ این امکان فراهم می‌شود. برای اینکه که علت متفاوت بودن نرخ رشد در دماهای مختلف مشخص شود باید به ارتباط بین دما و نفوذ توجه نمود. ارتباط بین دما و دیفوزیون یا همان نفوذ (D) به صورت رابطه (۵) بیان می‌شود.

$$D = A \exp - \frac{E}{RT} \quad (۵)$$

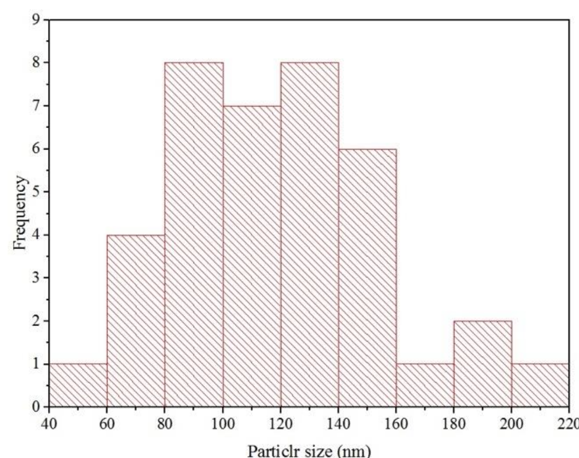
در این رابطه A یک ثابت، R ثابت گازها و T دمای مطلق می‌باشد. به دلیل ماهیت نمایی رابطه دما با دیفوزیون، با افزایش دما نرخ رشد بلورک‌ها با سرعت بیشتری افزایش می‌یابد. با این حال کاهش اندازه بلورک های تتا آلومینا بعد از دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به دلیل ناپایدار شدن و تجزیه این فاز می‌باشد که سبب کوچک شدن بلورک‌ها در اثر این تجزیه است. در واقع بعد از ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد تتا آلومینا تبدیل به آلفا آلومینا می‌شود که این موضوع در الگوهای پراش اشعه ایکس قابل مشاهده است. در ۱۳۰۰ درجه سانتیگراد تقریبا تمام فاز تتا آلومینا تجزیه می‌شود.

شکل (۳) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی ذره‌های پودر کامپوزیتی تولید شده به روش سل-ژل پس از کلسیناسیون در ۸۰۰ درجه سانتیگراد را نشان می‌دهد. تصویر میکروسکوپ الکترونی نمونه‌ها نشان می‌دهد که پودر نانوکامپوزیتی دارای اشکال کروی شکل است. قسمت‌های آگلومره شده در پودر مشاهده می شود که در نانوذرات این پدیده بسیار معمول است. نانوذرات تمایل دارند تا با چسبیدن به یکدیگر سطح و در نتیجه انرژی سطحی خود را کاهش دهند. نمودار هیستوگرام نمونه‌ها نشان می‌دهد (شکل ۴) که اکثر ذرات ابعادی بین ۶۰ تا ۱۶۰ نانومتر را دارند و توزیع ذرات تقریبا یکنواخت است. این توزیع نسبتا یکنواخت از مزایای روش‌های شیمی تر مثل سل-ژل برای تولید نانوذرات است. در واقع به علت پخش مواد اولیه در حد

مولکولی در یکدیگر و کنترل واکنش‌ها در هنگام فرایند ساخت، محصـــولات معمولا یکنواختی بالایی دارند [20]. با این حال اندازه ذره‌های بدست امده با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی از اندازه بلورک‌های بدست امده توسط الگوهای پراش اشعه ایکس بزرگتر است.

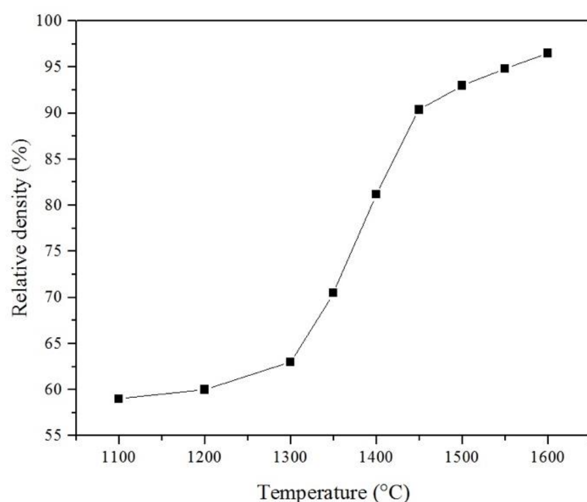


شکل ۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه کامپوزیتی کلسینه شده در 800 درجه سانتیگراد



شکل ۴ هیستوگرام اندازه ذره‌های نمونه کامپوزیتی کلسینه شده در 800 درجه سانتیگراد

پس از مشخصه‌یابی پودر تولیدی، نمونه‌های پودری کلسینه شده در ۸۰۰ درجه سانتیگراد تحت پرس ایزواستاتیک سرد در فشار ۸۰ مگاپاسکال فشرده شدند و برای تف‌جوشی و ساخت قطعه متراکم در کوره در دماهای مختلف قرار گرفتند. شکل (۵) دانســیته نســبی نمونه‌ها پس از عملیات تف‌جوشــی را نشــان می‌دهد. به طور کلی دانســیته نمونه‌ها روند صــعودی با افزایش دما را دارد. با این حال این افزایش دانســیته از الگوی خاصــی پیروی می‌کند و همانطور که در این شکل نشان داده شده است، طرح تف‌جوشی یک شکل سیگمودال (Sigmodal) را نشان می‌دهد. چگالش از حدود ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد شروع می‌شود. با این حال، شیب خط در این دما کم می‌باشد که نشان دهنده سرعت پایین چگالش است. این نرخ پایین به دلیل دمای پایین و کند بودن مکانیزم‌های تف‌جوشــی اســت. با افزایش دما به ۱۳۰۰ درجه ســانتیگراد، ســرعت چگالش به طور چشــمگیری افزایش می یابد.



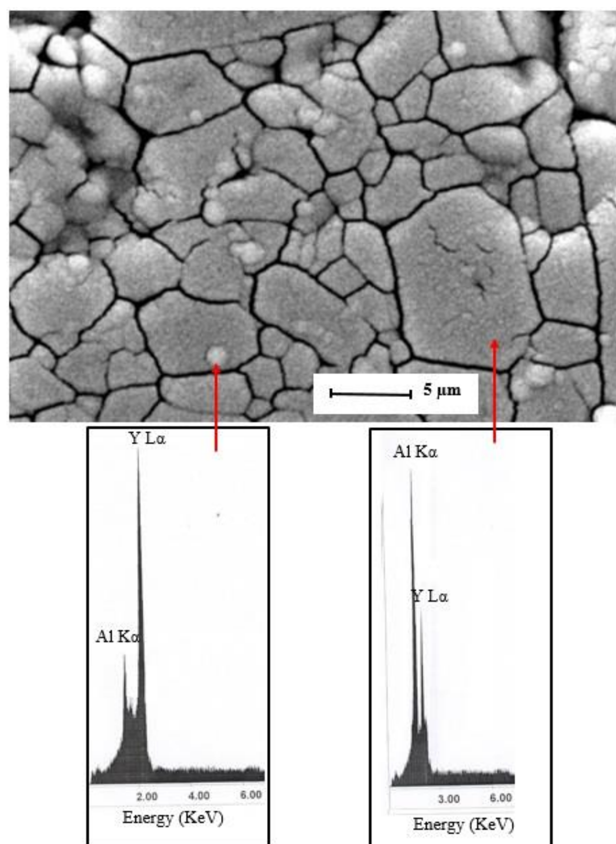
شکل ۵ چگالش نمونه‌ها با تغییر دمای تف‌جوشی

مشـاهده می‌شـود که افزایش ۲۰۰ درجه سـانتیگراد دما از ۱۳۰۰ به ۱۵۰۰ درجه سـانتیگراد منجر به افزایش چگالی نسـبی از ۶۵ درصـــد به بیش از ۹۰ درصـــد می‌شـــود. در این ناحیه مکانیزم‌های تف‌جوشی شامل دیفوزیون مرز دانه‌ای و دیفوزیون حجمی به خوبی فعال می‌شـوند. در واقع تف‌جوشـی با انتشـار اتم‌ها از طریق ریزســـاختار شـــامل مرزها و داخل دانه‌ها اتفاق می‌افتد. این انتشار توسط یک گرادیان پتانسیل شیمیایی ایجاد می شود. اتم‌ها از ناحیه‌ای با پتانسیل شیمیایی بالاتر به ناحیه‌ای با پتانســـیل شـــیمیایی پایین‌تر حرکت می‌کنند و به مرور زمان تخلخل‌ها پر می‌شوند. بعد از دمای ۱۵۰۰ درجه سانتیگراد، وارد منطقه پایانی فرایند تف‌جوشـی می‌شـویم. در این ناحیه دوباره نرخ افزایش دانسیته، کاهش می‌یابد و شیب منحنی کم می شود. در این ناحیه به علت افزایش اندازه دانه‌ها و همچنین محبوس شدن تخلخل‌ها در داخل دانه، مسیرهای دیفوزیون اتم‌ها طولانی و سخت می شود و در نتیجه افزایش دانسیته با سرعت کمتری

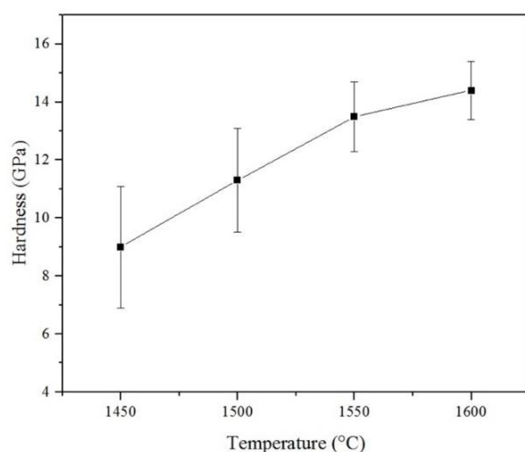
انجام می شود. در این مرحله با افزیش ۱۰۰ درجه سانتیگراد از ۱۵۰۰ تا ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد تنها حدود ۶ تا ۷ درصد افزایش در چگالی نمونه‌ها دیده می‌شود. گزارش شده است در این مرحله بیشترین رشد دانه‌ها مشاهده می شود که امری نامطلوب در فرایند تف‌جوشی می‌باشد. به دلیل رشد شدید دانه‌ها در این مرحله و محبوس شدن تخلخل‌ها، گاهی با افزایش بیشتر دمای تف‌جوشی نیز دانسیته افزایش نخواهد یافت و فقط رشد بیشتر دانه‌ها رخ می‌دهد که امری مطلوب نمی‌باشد.

برای بررسی ریزساختار نمونه‌های تف‌جوشی شده در ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد از میکروسکوپ الکتونی روبشی استفاده شد. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی به همراه نتایج طیف‌سنجی تفکیک انرژی نمونه در شکل ۶ نشان داده شده است. همانطور که در تصویر میکرو سکوپ الکترونی مشاهده می شود دانه‌ها نسبت به پودر اولیه رشد زیادی داشته‌اند که با توجه به دمای بالای تف‌جوشی، قابل انتظار بود. دانه‌ها اشکال نامنظم دارند و به صورت چندوجهی قابل مشاهده می‌باشند. همچنین دو توزیع دانه بندی را می‌توان در نمونه مشاهده کرد. تعدادی از دانه‌ها رشد بیشتری داشته‌اند و به ابعادی حدود ۴ تا ۵ میکرون می‌رسند. تعدادی دیگری از دانه‌ها ابعاد کوچکتری دارند و ابعادی زیر یک میکرون دارند. برای بررسی ترکیب شیمیایی در این دانه‌بندی های متفاوت، از این نقاط آنالیز طیف‌سنجی تفکیک انرژی نقطه‌ای گرفته شد. به طور کلی دو عنصر آلومینیوم و ایتریم توسط این آنالیز مشخص شد. همانطور که نتایج در شکل (۶) نشان داده است در مناطقی که دانه‌ها درشت‌تر هستند بیشتر عنصر آلومینیوم دیده می شود که به نظر می‌رسد این مناطق بیشتر از آلومینا تشکیل شده است در حالی که دانه‌های ریزتر که روشن‌تر نیز می‌باشند بیشتر حاوی عنصر ایتریم است که نشان دهنده تشکیل فازهای غنی از ایتریم می‌باشد. بر اساس آنالیز پراش اشعه ایکس که در شکل (۱) نشان داده شد این فاز غنی از ایتریم، فاز ایتریم آلومینیوم گارنت یا $Y_3Al_5O_{12}$ است. به نظر می‌رسد فاز آلومینا نسبت به فاز ایتریم آلومینیوم گارنت رشد سریع‌تری داشته است. ذرات کوچک‌تر ایتریم آلومینیوم گارنت هم در مرز دانه‌ها و هم داخل دانه‌های آلومینا مشاهده می‌شود. در برخی نقاط هم تخلخل‌هایی دیده می‌شود.

برای بررسی خواص مکانیکی نمونه‌ها، آزمون سختی‌سنجی ویکرز انجام شد. اثر دمای تف‌جوشی بر سختی نمونه‌ها در شکل (۷) نشان داده شده است.



شکل ۶ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و نتایج طیف‌سنجی تفکیک انرژی نمونه کامپوزیتی تف‌جوشی شده در 1600 درجه سانتیگراد به مدت ۳ ساعت



شکل ۷ سختی نمونه‌های تف‌جوشی شده در دماهای مختلف

نتایج به صورت کلی نشان می‌دهد با افزایش دمای

تف‌جوشـــی ســـختی نمو نه ها افزایش می یا بد و برای نمو نه تف‌جو شی شده در ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۳ ساعت سختی حدود ۱۴ گیگاپا سکال ا ست. عوامل مختلفی بر سختی یک ماده اثر دارد. اولین پارامتر مربوط به نوع ماده، طبیعت و قدرت پیوندهای آن اســت. عوامل ســاختاری نیز بر ســختی اثر دارند مثلا هر چه اندازه دانه‌ها ریزتر باشــد ســختی یک نمونه بالاتر اســت. اما آنچه در نمونه‌های این تحقیق بیشــترین اثر را دارد تخلخل‌های آن است. با افزایش درجه حرارت تف‌جوشی، تخلخل‌های نمونه‌ها کاهش می‌یابد که این کاهش تخلخل باعث افزایش ســختی می‌شــود. با این حال می‌توان برای رســیدن به سختی‌های بالاتر از روش‌های تف‌جوشی تحت فشار مثل روش پرس گرم اســتفـاده کرد زیرا در این روش‌هـا می‌توان بـه دانسیته‌های نزدیک به دانسیته تئوری رسید.

نتیجه‌گیری

در پژوهش حاضر پودر کامپوزیتی بر پایه آلومینا–ایتریا به روش سل–ژل ساخته شد. پودر تولیدی در درجه حرارت‌های مختلف کلسینه شد و تغییرات فازی و اندازه بلورک‌های آن مورد بررسی قرار گرفت. سپس پودر کلسینه شده در ۸۰۰ درجه سانتیگراد، پرس شـــده و در درجه حرارت های مختلف تحت عملیات تف‌جوشـــی بدون فشـــار قرار گرفت. نتایج پراش اشـــعه ایکس ن شان داد که پودر تولیدی در ابتدا ساختار آمورف دارد که پس از عملیات حرارتی فازهای آلومینا و فاز ایتریم آلومینیوم گارنت متبلور می‌شـــوند. تصـــاویر میکروســـکوپی محدوده اندازه دانه‌ها برای پودر تولید شده در دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد را بین ۶۰ تا ۱۶۰ نانومتر نشـــان داد. با افزایش دما، اندازه بلورک‌های تتا آلومینا ابتدا افزایش یافت و ســـپس در اثر تجزیه این فاز، ابعاد بلورک‌ها کوچک شـــد. نمونه‌های تف جوشـــی شـــده در دمای ۱۶۰۰ درجه سـانتیگراد به مدت ۳ سـاعت به حدود ۹۶ درصـد دانســیته نســبی رســیدند. ســه منطقه با نرخ متفاوت چگالش در منحنی تغییرات دان سیته ن سبی بر ح سب دما دیده شد. سختی نمونه‌ها با افزایش دمای تف جو شی افزایش یافت به طوری که در نمونه تف جوشی شده در ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد، سختی به حدود ۱۴ گیگاپاسکال رسید.

تقدیر و تشکر

نو یسندگان از حمایت دان شگاه آزاد ا سلامی نجف آباد تقدیر و تشکر می کنند .

مراجع

[1] M. Alipour Sougavabar, S. A. Niknam, B. Davoodi, “Study of tool flank wear and surface quality in milling of AL520-MMCs reinforced with sic and sn particles,” *Journal of Science and Technology of Composites*, vol. 9, no. 2, pp. 1970-1975, 2022.

[2] Y. Chang, X. Yao, Y. Chen, D. Zou, “Review on ceramic-based composite phase change materials: preparation, characterization and application,” *Composites Part B: Engineering*, vol. 254, pp. 110584, 2023.

[3] J. Singh, A. Chauhan, “Characterization of hybrid aluminum matrix composites for advanced applications–a review,” *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 5, no. 2, pp. 159-169, 2016.

[4] G. D. Zhan, A. K. Mukherjee, “Carbon nanotube reinforced alumina-based ceramics with novel mechanical, electrical, and thermal properties,” *International Journal of Applied Ceramic Technology*, vol. 1, no. 2, pp. 161-171, 2004.

[5] P. F. Becher, G. C. Wei, “Toughening behavior in sic-whisker-reinforced alumina,” *Journal of the American ceramic society*, vol. 67, no. 12, pp. C- 267-C- 269, 1984.

[6] Y. Li, Kim, Y.-H. Koh, “Improving the surface hardness of zirconia toughened alumina (zta) composites by surface treatment with a boehmite sol,” *Ceramics International*, vol. 38, no. 4, pp. 2889-2892, 2012.

[7] M. Beyhaghi, A. Kiani-Rashid, M. Kashefi, J.V. Khaki, S. Jonsson, “Investigation of in-situ synthesis and

consolidation of NiAl–Al2O3 composites by reactive spark plasma sintering process using mechanically activated reaction," *International Journal of Material Science Innovations*, Vol. 2, No. 4, pp. 100-116, 2014.

[8] M. Beyhaghi, "investigation of influences of mechanical activation and heating rate on nanostructured NiAl-Al2O3 composites formation by combustion synthesis," *Advanced Processes in Materials Engineering*, vol. 11, no. 2, pp. 1-25, 2017.

[9] S. Ochiai, T. Ueda, K. Sato, M. Hojo, Y. Waku, N. Nakagawa, S. Sakata, A. Mitani, T. Takahashi, "Deformation and fracture behavior of an Al2O3/YAG composite from room temperature to 2023 K," *Composites Science and Technology*, vol. 61, no. 14, pp. 2117-2128, 2001.

[10] H. Wang, and L. Gao, "Preparation and microstructure of polycrystalline Al2O3–YAG composites," *Ceramics international*, vol. 27, no. 6, pp. 721-723, 2001.

[11] B. Yao, H.Su, J. Zhang, Q. Ren, W. Ma, L. Liu, H. Fu, , "Sintering densification and microstructure formation of bulk Al2O3/YAG eutectic ceramics by hot pressing based on fine eutectic structure," *Materials & Design*, vol. 92, pp. 213-222, 2016.

[12] D. Bučevac, M. Omeraševič, A. Egelja, Ž. Radovanović, L.Kljajević, S. Nenadović, V.Krstić, "effect of YAG content on creep resistance and mechanical properties of Al2O3-YAG composite," *Ceramics International*, vol. 46, no. 10, pp. 15998-16007, 2020.

[13] P. Palmero, G. Fantozzi, F. Lomello, G. Bonnefont, L.Montanaro, "creep behaviour of alumina/YAG composites prepared by different sintering routes," *Ceramics International*, vol. 38, no. 1, pp. 433-441, 2012.

[14] R. Pournajaf, S. A.Hassanzadeh-Tabrizi, "Polyacrylamide synthesis of nanostructured copper aluminate for photocatalytic application," *Journal of Advanced Materials and Processing*, vol. 5, no. 4, pp. 12-19, 2018.

[15] M. Parashar V. K. Shukla, R. Singh, "metal oxides nanoparticles via sol–gel method: a review on synthesis, characterization and applications," *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, vol. 31, pp. 3729-3749, 2020.

[16] U. Holzwarth, N. Gibson, "The scherrer equation versus the'debye-scherrer equation," *Nature nanotechnology*, vol. 6, no. 9, pp. 534-534, 2011.

[17] M. Beyhaghi, M. Kashefi, A. Kiani-Rashid, J.V. Khaki, S. Jonsson, "In-situ synthesis of nanostructured NiAl-Al2O3 composite coatings on cast iron substrates by spark plasma sintering of mechanically activated powders," *Surface and Coatings Technology*, vol. 272, pp. 254-267, 2015.

[18] M. Beyhaghi, A. Kiani-Rashid, J.V. Khaki, M. Kashefi, S. Jonsson, "Influences of mechanical activation and heating rate on reaction processes in combustion synthesis of NiAl-Al2O3 composites," *Powder Technology*, vol. 346, pp. 347-247, 2019.

[19] D. Gouvêa, D. C. Rosário, L. B. Caliman, , "Surface and grain‐ boundary excess of ZnO‐ Doped SnO2 nanopowders by the selective lixiviation method," Journal of the American Ceramic Society, vol. 100, no. 9, pp. 4331-4340, 2017.

[20] D. L. Marchisio, F. Omegna, A. A. Barresi, P. Bowen, "effect of mixing and other operating parameters in sol− gel processes," *Industrial & engineering chemistry research*, vol. 47, no. 19, pp. 7202-7210, 2008.